 IDEAM <small>Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</small>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA	Código: M-S-LC-I054
	DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E	Versión : 01
	HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE	Fecha:01/10/2018
	PARTICIÓN	Página: 1 de 11

1. OBJETIVO

Establecer la metodología a seguir para la determinación de grasas, aceites e hidrocarburos en agua, por infrarrojo de partición, de acuerdo con los métodos C y F de la norma NTC 3362.

2. ALCANCE

Determinación de grasas, aceites e hidrocarburos en agua por infrarrojo de partición, en agua superficial. El rango de medida es de 1.00 – 30.0 mg/L. El método no puede ser aplicado para la medida de fracciones que sean volatilizables a temperatura menor de 85 °C.

En la **Tabla 1** y **2** se muestra los valores de cada uno de los parámetros evaluador durante la confirmación del método.

Tabla 1. Cuadro de parámetros de confirmación del método para la determinación de grasas y aceites.

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-F066			
FECHA DE INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 2018-08-10			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
Límite de detección instrumental	0.00	mg/L	
Límite de detección del método	0.78	mg/L	
Límite de cuantificación del método	1.00	mg/L	
Intervalo de aplicación del método	1.00 – 30.00	mg/L	
Sensibilidad	0.00193	NA	
Exactitud expresado como % de error relativo	8.7	mg/L	Nivel de concentración bajo
	6.6	mg/L	Nivel de concentración media
	8.9	mg/L	Nivel de concentración alto
Precisión expresada como coeficiente de variación	7.9	mg/L	Nivel de concentración bajo
	1.6	mg/L	Nivel de concentración medio
	1.6	mg/L	Nivel de concentración alto
Porcentaje de recuperación	91.12	mg/L	Nivel de concentración bajo
	92.45	mg/L	Nivel de concentración alto
Incertidumbre estimada		NA	

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE PARTICIÓN	Código: M-S-LC-I057
		Versión : 01
		Fecha: 01/10/2018
		Página: 2 de 11

Tabla 1. Cuadro de parámetros de confirmación del método para la determinación de hidrocarburos totales.

CUADRO PARÁMETROS DE CONFIRMACIÓN DEL MÉTODO			
CÓDIGO DEL INSTRUCTIVO DE ENSAYO: M-S-LC-F066			
FECHA DE INFORME DE ESTANDARIZACIÓN: 2018/08/30			
PARÁMETRO	VALOR	UNIDADES	OBSERVACIÓN
Límite de detección instrumental	0.00	mg/L	
Límite de detección del método	0.86	mg/L	
Límite de cuantificación del método	1.00	mg/L	
Intervalo de aplicación del método	1.00 – 30.00	mg/L	
Sensibilidad	0.00193	NA	
Exactitud expresado como % de error relativo	7.0	mg/L	Nivel de concentración bajo
	7.3	mg/L	Nivel de concentración medio
	9.1	mg/L	Nivel de concentración alto
Precisión expresada como coeficiente de variación	5.6	mg/L	Nivel de concentración bajo
	2.2	mg/L	Nivel de concentración medio
	1.5	mg/L	Nivel de concentración alto
Porcentaje de recuperación	91.16	mg/L	Nivel de concentración bajo
	91.11	mg/L	Nivel de concentración alto
Incertidumbre estimada		mg/L	

3. DEFINICIONES

Abs: absorbancia.

mg GyA/L: miligramos de Grasas y Aceites por litro.


mg HC/L: miligramos hidrocarburos totales por litro

FD: factor de dilución

4. ASPECTOS DE SEGURIDAD Y SALUD EN EL TRABAJO

Antes de iniciar el análisis, revise el manual E-SGI-ST-M001 Sistema de gestión de seguridad y salud en el trabajo. Utilice los implementos de seguridad, requeridos la técnica analítica: media máscara de protección con filtro para gases y vapores orgánicos, bata, pantalón, zapatos antideslizantes, gafas de seguridad y guantes de nitrilo. Utilizar la cabina de extracción.

Las hojas de seguridad de los reactivos están dispuestas en el área de pre-analítica del primero y segundo piso del laboratorio.

 IDEAM Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA	Código: M-S-LC-I054
	DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E	Versión : 01
	HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE	Fecha:01/10/2018
	PARTICIÓN	Página: 1 de 11

Los residuos producto del análisis en la determinación de los plaguicidas, se tratan de acuerdo al procedimiento para disposición de muestras y residuos de análisis, código TPO 121. Disposición final de residuos.

5. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES

5.1 Equipos

- Infrarrojo con capacidad para medir a 2930 cm^{-1}
- Cabina extractora de vapores orgánicos.
- Balanza analítica
- Centrífuga
- Agitador magnético

5.2 Reactivos

- Ácido clorhídrico, HCl, 1:1. Medir 50 mL de HCl concentrado y adicionarlos a 40 mL de agua des-ionizada contenidos en un vaso de precipitado, dejar enfriar y aforar en un balón de 100 mL.
- Tetracloroetileno, grado espectrofotométrico o equivalente.
- Sulfato de sodio, Na_2SO_4 , cristal anhidro.
- Aceite de referencia: se prepara una mezcla, en volumen (10 mL), de 37,5 % de isooctano, 37,5 % hexadecano y 25 % benceno. Se almacena en un recipiente sellado para evitar la evaporación.
- Sílica gel, malla 100 a 200. Secar a $110\text{ }^\circ\text{C}$ durante 24 h y almacene en un recipiente herméticamente sellado.

5.3 Materiales

- Celdas, sílice de infrarrojo cercano.
- Desecador grande.
- Papel filtro, diámetro de 11 cm ("Whatman No 40" o equivalente).
- Barras de agitación magnéticas, recubiertas con politetrafluoroetileno (PTFE).
- Embudo de separación líquido – líquido de 2 L.
- Vaso de precipitado de 100 mL.
- Embudo de vidrio para líquidos.
- Tubos de centrífuga, de vidrio, de 100 mL.

6. LIMITACIONES E INTERFERENCIAS

Debido a que no hay solvente que tenga selectividad para disolver solo aceites y grasa, durante el procedimiento se pueden extraer sustancias nitrogenadas, sulfuradas, cloradas, etc., que pueden dar señal en el análisis infrarrojo.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE PARTICIÓN	Código: M-S-LC-I057
		Versión : 01
		Fecha: 01/10/2018
		Página: 2 de 11

Si se pasa sílica gel a través del filtro a la celda de infrarrojo puede dar interferencia positiva en la medida espectroscópica, si este es el caso, utilizar filtro de poros pequeños.

Los hidrocarburos más polares, tales como los compuestos aromáticos complejos y los derivados de cloro, azufre y nitrógeno pueden ser adsorbidos por el gel de sílice.

Se pueden necesitar técnicas alternativas si la muestra forma una emulsión que no se puede romper por simple centrifugación.

Los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de materiales que no son extraíbles con el solvente.

7. CONTROL Y ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

Los resultados son diligenciados en el formato M-S-LC-F037 y debe ser entregado al líder del grupo de análisis fisicoquímicos. Reportar los análisis con dos decimales.

En forma paralela, con cada grupo o lote de muestras, es necesario procesar en un mismo día, un blanco del método, un duplicado de matriz fortificada y un estándar de concentración menor al 30 % del rango del método. Registre los resultados en la carta de control del método (formatos M-S-LC-F056 y M-S-LC-F057). Por cada lote de 20 muestras es necesario leer el duplicado y el estándar antes señalados; el porcentaje de la diferencia entre los duplicados no debe ser mayor al 10%, si la variación excede este límite, debe repetirse el análisis.

Realizar la curva de calibración semestralmente de acuerdo con lo establecido en el manual del aseguramiento del control de la calidad.


8. DESARROLLO

9.1 Principio del método

En el ensayo de laboratorio, mediante extracción líquido – líquido con tetracloroetileno se obtiene en conjunto las grasas y aceites (G&A) e hidrocarburos (HC) y mediante espectroscopia infrarroja se halla su concentración. Para determinar únicamente la fracción HC se hace necesario realizar un procedimiento de separación de las grasas presentes en el extracto, para este fin se emplea el gel de sílice que tiene la capacidad de absorber los materiales polares como los ácidos grasos. Los materiales no eliminados por absorción al gel de sílice son considerados hidrocarburos en esta prueba.

9.2 Toma y preservación de muestras

El muestreo debe hacerse sobre la superficie del afluente. Tomar directamente en un recipiente de vidrio de boca ancha (previamente lavado) una alícuota de al menos 1000 mL de muestra puntual, no realizar subdivisiones en el laboratorio. Si es necesario realizar análisis por duplicado, coleccionar replicado de muestra (en paralelo y forma rápida). Las

 IDEAM <small>Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</small>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA	Código: M-S-LC-I054
	DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E	Versión : 01
	HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE	Fecha:01/10/2018
	PARTICIÓN	Página: 1 de 11

muestras deben ser acidificadas hasta pH 2 con solución de HCL 1:1 o H₂SO₄ 1:1 preservada mediante refrigeración a una temperatura menor o igual a 4 °C.

El análisis debe ser realizado dentro de los 28 días posteriores a la toma de la muestra.

9.3 Limpieza de vidriería y material de campo.

Los materiales utilizados en el análisis deben seguir el procedimiento de lavado de material M-S-LC-I015, lavar con detergente y enjuagar con abundante agua caliente. Si el material lo requiere, realizar un enjuague con solvente.

9.4 Ejecución de la técnica.

Antes de cada análisis, verificar que la absorbancia del tetracloroetileno puro sea 0,00 de acuerdo con el instructivo del equipo.

A partir de una solución madre de 1000 mg/L del aceite de referencia en tetracloroetileno, preparar los estándares de la curva de calibración como se indica en la **Tabla 3**, aforar con tetracloroetileno, si el R² es menor a 0.995 repetir la curva.

Tabla 3. Preparación de la curva de calibración

Concentración del estandar (mg/L)	Volumen de solución madre (µL)	Volumen final (mL)
10	50	5
30	150	5
80	400	5
120	600	5
200	1000	5
300	1500 (1.5 mL)	5

Las muestras a analizar se encuentran inscritas en el formato de Recepción de muestras y control de análisis, M-S-LC-F002. Por cada lote, analizar el blanco del método, estándar de control y muestras fortificada por duplicado, registrar el resultado en las cartas control, M-S-LC-F056 y M-S-LC-F057 respectivamente. Los resultados del análisis de muestras debe ser registrados en el formato M-S-LC-F037.

El valor de absorbancia del blanco del método debe ser restado a la absorbancia de las muestras y controles.

9.4.1 Determinación de grasas y aceites

9.4.1.1 Cuando ingrese una muestra al laboratorio marcar el nivel de la muestra en el recipiente para posteriormente determinar el volumen de la muestra bien sea llenando el frasco hasta la marca con agua y vertiendo el volumen a una probeta graduada de 1 L o

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE PARTICIÓN	Código: M-S-LC-I057
		Versión : 01
		Fecha: 01/10/2018
		Página: 2 de 11

pesando el frasco vacío y calculando el volumen de muestra por diferencia del peso inicial del frasco y el peso final, asumiendo una densidad de muestra de 1.00 g/cm³.

9.4.1.2. Si la muestra no ha sido acidificada previamente, acidificar bien sea con HCl 1:1 o H₂SO₄ 1:1 a pH 2 o menos (generalmente 5 mL son suficientes para 1L de muestra).

9.4.1.3. Transferir cuidadosamente la muestra a un embudo de separación, enjuagar el recipiente de muestreo con 30 mL de tetracloroetileno y adicionar el enjuague de solvente al embudo.

9.4.1.4. Agitar vigorosamente el embudo de separación durante 2 minutos, dejar separar las capas, drenar la capa de solvente a través de un embudo que contiene un papel filtro y 10 g de Na₂SO₄ a un balón aforado de 100 mL, los cuales han sido enjuagados previamente con solvente.

Nota: Si no se puede obtener una capa clara de solvente y se presenta una emulsión de más de 5 mL, drene la emulsión y las capas de solvente en un tubo de vidrio de centrifuga y centrifugue durante 5 min a aproximadamente a 2400 r/min filtrar la capa de solvente a través del embudo con un tapón de lana de vidrio y 10 g de Na₂SO₄ previamente enjuagados con solvente y recolectar en un balón aforado de 100 mL.

9.4.1.5. Extraer dos veces más con 30 mL de solvente de extracción, cada vez, pero enjuagar primero el recipiente de la muestra con cada porción de solvente. Repetir el proceso de centrifugación en las siguientes extracciones si la emulsión persiste. Combinar los extractos en el balón aforado, y enjuagar finalmente el filtro y el Na₂SO₄ con 10 mL adicionales de solvente. Ajustar el volumen final a 100 mL con solvente.


9.4.1.6. Medir la absorbancia de la muestra en el infrarrojo, con ayuda de un par de celdas de cuarzo de 1 cm de espesor la cual es adecuada para trabajar en un intervalo de 4 mg a 40 mg aproximadamente. Si la absorbancia excede 0.8 realizar dilución. Finalmente, interpolar en la curva de calibración.

9.4.2 Determinación de hidrocarburos

9.4.2.1 Para 100 mL del extracto del procedimiento de grasas y aceites, adicionar 3.0 g de silica gel por cada 100 mg de grasas y aceites, hasta 30.0 g de silica gel (1000 mg de grasas y aceites totales).

9.4.2.2. Para muestras con más de 1000 mg de grasas y aceites totales tomar un volumen medido de la muestra disuelta en los 100 mL y adicionar la cantidad apropiada de silica gel para el total de grasas y aceites contenidas en la porción de muestra y llevar a 100 mL.

9.4.2.3. Tapar el balón y agitar la muestra por 5 minutos. Filtrar con ayuda de un papel filtro en un embudo de gravedad.

 IDEAM <small>Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales</small>	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA	Código: M-S-LC-I054
	DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E	Versión : 01
	HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE	Fecha:01/10/2018
	PARTICIÓN	Página: 1 de 11

9.4.2.4. Medir la absorbancia de la muestra en el IR a 2930 cm⁻¹ e interpolar en la curva de calibración

Deseche las muestras y estándares analizados en la caneca para residuos fisicoquímicos. Enjuague el material y entréguelo a lavado diligenciando el formato de control de solicitud de lavado de material, M-S-LC-F003.

9.5 Formatos

Captura de datos: M-S-LC-F037

Recepción de muestras y control de análisis: M-S-LC-F002

Lavado de material: M-S-LC-F003

Control diario de manejo de equipos: M-S-LC-F007

Control de preparación de soluciones: M-S-LC-F064

Carta de control de precisión, M-S-LC-F056

Carta de control porcentaje de recuperación y duplicados de recuperación, M-S-LC-F057

9.6 Cálculos y resultados

Determinación de grasas y aceites

$$\text{mg de GyA/L} = \frac{A \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

A = mg de grasas y aceites determinado del extracto en la curva de calibración.

1000 = factor de conversión.

Determinación de hidrocarburos totales

$$\text{mg hidrocarburos totales/L} = \frac{A \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde:

A = mg de hidrocarburos totales determinado del extracto en la curva de calibración.

1000 = factor de conversión.

	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE PARTICIÓN	Código: M-S-LC-I057
		Versión : 01
		Fecha:01/10/2018
		Página: 8 de 11

9. DIAGRAMA

Ver Anexos 1 y 2

10. DOCUMENTOS DE REFERENCIA Y BIBLIOGRAFÍA

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Pollution Control Federation. 23 ed., Washington 2017, p.5-46

NTC 3362, Calidad del agua. Determinación de aceites, grasas y sustancias solubles en solventes orgánicos, Instituto Colombiano de Normas Técnicas – Comité 12, 2011.

11. HISTORIAL DE CAMBIOS

VERSIÓN	FECHA	DESCRIPCIÓN
01	01/10/2018	Creación del documento con base a la nueva estructura del SGI. Realizado por Elizabeth González Mateus.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:
Elizabeth González Mateus Contratista Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Carlos M. Velásquez Martínez Contratista Líder Técnico Grupo Laboratorio de Calidad Ambiental	Nelson Omar Vargas Martínez Subdirector de Hidrología

INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE PARTICIÓN

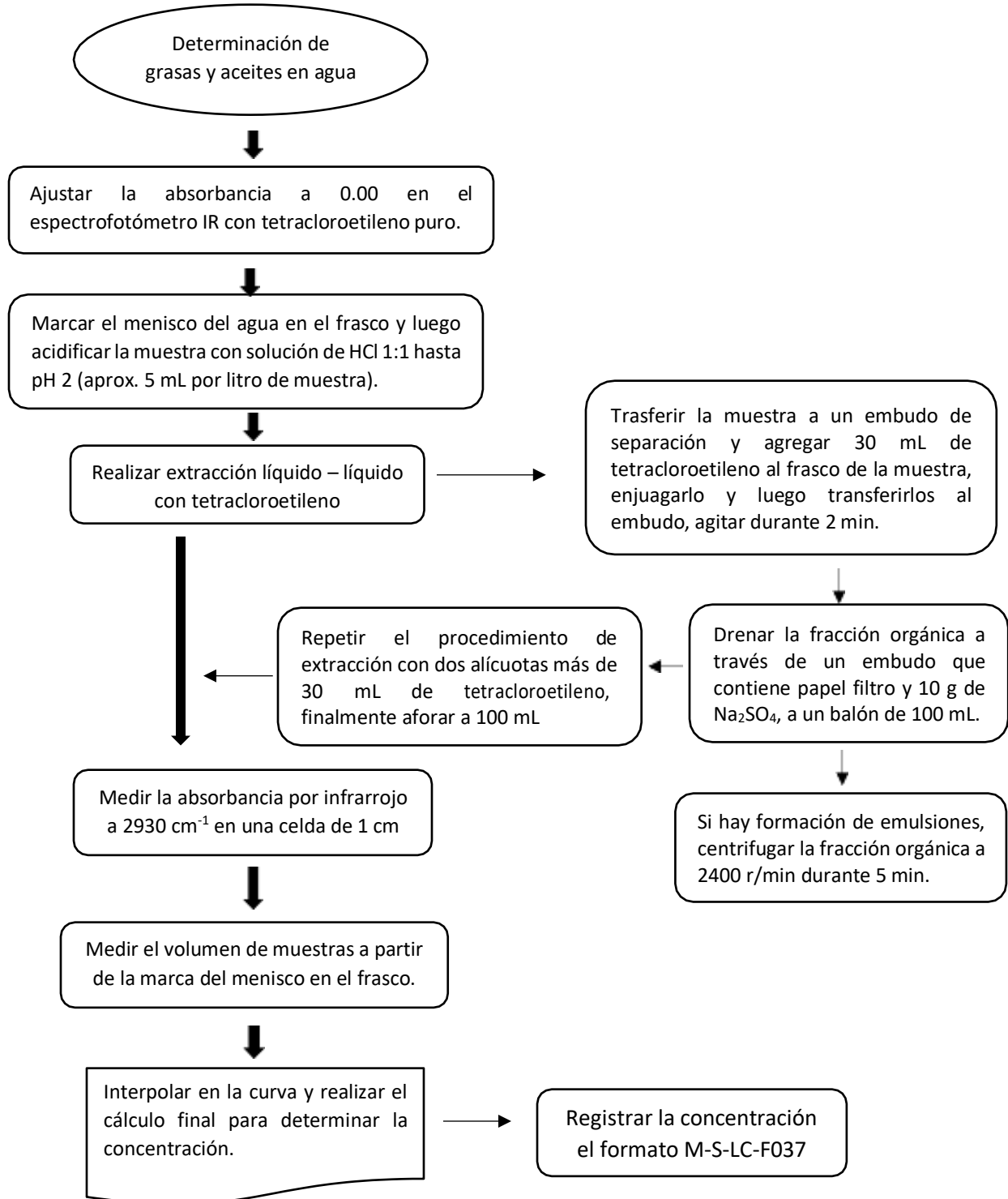
Código: M-S-LC-I057

Versión : 01

Fecha:01/10/2018

Página: 9 de 11

ANEXO 1. Determinación de Grasas y Aceites



	INSTRUCTIVO DE ENSAYO PARA LA DETERMINACIÓN DE GRASA, ACEITES E HIDROCARBUROS POR INFRARROJO DE PARTICIÓN	Código: M-S-LC-I057
		Versión : 01
		Fecha:01/10/2018
		Página: 10 de 11

ANEXO 2. Determinación de Hidrocarburos Totales

